

Article original

## Technique de réflectométrie usuelle pour la mesure de la couleur des miels

S Aubert <sup>1</sup>, M Gonnet <sup>2</sup>, P Jourdan <sup>3</sup>

<sup>1</sup> INRA, station de technologie des produits végétaux;

<sup>2</sup> INRA, station de recherches de zoologie-apidologie, BP 91, domaine Saint-Paul,  
84143 Montfavet cedex;

<sup>3</sup> ADAPI, maison des Agriculteurs, 22, avenue H-Pontica, 13126 Aix-en-Provence, France

(Reçu 12 mars 1993; accepté 21 septembre 1993)

**Résumé** — Une amélioration des conditions de mesures objectives de la couleur des miels, liquides ou cristallisés, est proposée, à partir de la méthodologie tristimulaire de la Commission internationale de l'éclairage. L'utilisation d'un réflectomètre portatif très répandu et le choix d'une optique codifiée d'observation en couche mince sur fond blanc (boîte de Pétri sur étalon de référence) donnent diverses valeurs chromatiques précises. De même, l'adoption du système usuel CIELAB 1976 permet de simplifier l'exploitation complexe des données fondamentales fournies par le système officiel de HARDY (1936). Une représentation graphique réduite à 2 dimensions, avec en abscisse la luminance  $L^*$  et en ordonnée la chromaticité  $C^*$  (pureté ou saturation) est proposée, révélant une discrimination suffisante des échantillons. Divers problèmes de différenciation des miels sur leur aspect sont abordés : la caractérisation selon les origines florales, les variations pour une même source végétale (cas des lavandes), l'évolution des mélanges avec un miel jaune typique (cas du tournesol), l'influence du récipient dans la perception visuelle du miel et l'utilisation d'indices chromatiques pour suivre la cristallisation dirigée en cuve industrielle font l'objet des analyses rapportées dans cette étude.

miel / colorimétrie / caractérisation / mélange / cristallisation

### INTRODUCTION

La méthodologie tristimulaire de la Commission internationale de l'éclairage (CIE) sert de référence officielle pour codifier tous les facteurs aléatoires des conditions d'observation et de perception visuelle humaine (Brice *et al*, 1956 ; Aubert et Gonnet, 1983 ; White, 1984). On adopte une source de lumière conventionnelle (généralement l'illuminant C, représentatif d'un

éclairage solaire) et une géométrie arbitraire de réflexion de la lumière, mais devant être les plus proches possibles des modes d'observations pratiques. Les mesures ne seront pas les mêmes pour des denrées prises en l'état sur le marché ou pour des produits confrontés en laboratoire ou dans le suivi d'une préparation industrielle.

De plus, les techniques spectrophotométriques et les méthodes de calculs des coordonnées chromatiques peuvent diffé-

rer arbitrairement selon l'appareillage utilisé et le système choisi d'expression des couleurs dans les divers espaces chromatiques conventionnels. Actuellement, les chercheurs et les praticiens de l'agro-alimentaire privilégient fréquemment 2 systèmes.

D'une part, le système fondamental de la CIE, fondé sur la trivariance des couleurs avec les stimuli XYZ, qui donne une projection du vecteur spatial représentatif d'une couleur dans le plan de chromaticité  $x, y$  et, sur l'axe perpendiculaire, la luminosité  $Y\%$  (Hardy, 1936). Les calculs sont effectués sur le tracé du spectre visible, en transmission ou en réflexion, notamment à l'aide d'une grille des ordonnées sélectionnées (Rodriguez-Lopez, 1985 ; Ortiz-Valbuena et Silva-Losada, 1990). La principale difficulté réside surtout dans le tracé spectrographique, souvent lent et nécessitant un dispositif coûteux de balayage rapide des longueurs d'ondes ou une barrette de photodiodes. Puis, l'exploitation, informatisée ou non, des nombreuses mesures relevées, suivie de l'utilisation des diagrammes développés du triangle des couleurs, trouvés dans le livre «*Handbook of Colorimetry*» (Hardy, 1936), s'avèrent difficilement accessibles pour un usage en routine. Sur cette méthodologie classique, des critères de discrimination des miels avaient été précédemment proposés (Aubert et Gonnet, 1983). À l'usage, ces mesures s'avèrent relativement mal exploitées et ne sortent pas des laboratoires de recherches.

D'autre part, l'espace uniforme des couleurs CIELAB 1976 (CIE, 1978), fondé sur le système d'Adams-Nickerson (Dordet, 1990), séduit par une apparente grande précision et une meilleure commodité pour exprimer la clarté psychométrique ou luminance  $L^*$  et les teintes allant du vert ( $-a^*$ ) au rouge ( $+a^*$ ) et du bleu ( $-b^*$ ) au jaune ( $+b^*$ ). Ce système usuel, préconisé pour la mesure du brunissement de produits végétaux de couleur à tonalité dominante jaune-

brun (Aubert *et al*, 1992), comme tous les précédents, nécessite des réserves fondamentales dans l'interprétation des écarts sur les coordonnées chromatiques et leurs perceptions sensibles réelles (Dordet, 1990 ; Nava, 1990).

De plus, l'apparition relativement récente d'appareils usuels de réflectométrie, maniables et relativement peu coûteux, du type des chromamètres portatifs, permet de vulgariser les mesures de couleur sur les miels, placés dans des présentations d'optiques diverses. Ces appareils intègrent tous les paramètres codifiés précédemment, avec le calcul immédiat d'une couleur dans les différents systèmes utilisés (plusieurs espaces et critères chromatiques conventionnels). Ils permettent une exploitation statistique directe des mesures, avec une rapidité convenable, pour résoudre de multiples et complexes problèmes d'échantillonnage.

L'objectif de cette étude est de montrer ces nouvelles possibilités de mesures, en se plaçant dans les conditions courantes, en recherchant des solutions susceptibles d'être adoptées par le plus grand nombre d'utilisateurs.

Trois types de problèmes seront abordés :

- les caractéristiques de couleur pouvant corroborer l'authentification de l'origine florale de quelques miels, notamment ceux à tonalité jaune dominante typique (cas des miels de Tournesol);
- les variations selon la variété, la localisation géographique, l'année et les conditions de récolte, les mélanges de diverses sources, ainsi que les modes de conservation (cas des miels de Lavande ou de Lavandin).
- l'utilisation de ces techniques au suivi de la qualité en cours de fabrication, telles que la cristallisation contrôlée (qualité de «tartinabilité»), la présentation et l'attractivité commerciale des produits dans leurs emballages.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les miels d'origine florale spécifique et sélectionnée proviennent de sources différentes (apiculteurs, coopératives ou commerces de détail) ; ils ont fait l'objet d'analyses classiques de caractérisation (physico-chimiques, polliniques et organoleptiques) prouvant leur authenticité.

Les miels de lavandin (hybride *L. officinalis* x *L. latifolia*), issus des récoltes de 1991 et 1992, ont été recueillis en 1992 chez divers producteurs. Ces apiculteurs transument leurs ruches sur des cultures situées dans les Alpes-de-Haute-Provence. Les origines botaniques et leurs sélections commerciales, compatibles avec le terme général de «lavande», ont également été confirmées par l'analyse organoleptique. Toutefois, les échantillons de la campagne 1992 sont plus purs quant à leur origine botanique spontanée que ceux de 1991. La miellée de Lavandin en 1991 a été faible et vraisemblablement mélangée d'autres sources florales. Il faut préciser aussi que les miels de la récolte 1991 (août-septembre) ont été collectés l'année suivante sur les réserves des apiculteurs sollicités, sans connaissance précise des conditions de conservation.

Les mélanges d'un miel de lavandin authentique avec du miel de tournesol jaune ont été effectués, avec des pourcentages variables de 30, 50 et 70%, après réchauffage à 50°C, car une opacification des échantillons apparaît après 24 h d'abandon à 20°C.

Enfin, les essais de cristallisation dirigée ont été conduits dans le cadre de la société «Gatinaise des Miels» à Malesherbes (Loiret). L'ensemencement contrôlé et l'agitation en système continu s'effectuent en cuves inox thermorégulées de 10 t de capacité. Cette technique a été décrite dans une publication récente (Gonnet, 1992). Le lot de miel de base tournesol estensemencé par un colza à cristallisation spontanée très fine. Les prélèvements sont faits toutes les 12 h, par un robinet situé en bas de cuve et après avoir préalablement recyclé 4 à 5 kg de miel avant le prélèvement.

Le réflectomètre usuel adopté est un chromamètre Minolta, type CR 300 (les modèles anciens CR 100 et CR 200 conviennent, mais avec une moins bonne reproductibilité des mesures). D'autres appareils de conception voisine sont utilisables. La géométrie de mesure sur le modèle utilisé correspond à une illumination diffuse (arc Xénon pulsé), réfléchié perpendicu-

lairement à la surface (angle d'observation 0°), pour une fenêtre de 8 mm de diamètre.

La couleur des miels est mesurée dans différentes conditions d'observations, avec l'illuminant C de référence. D'une part, on a utilisé les bocalx commerciaux en verre d'une capacité de 37 cl et d'un diamètre interne de 70 mm (épaisseur : 2,5 mm). Les mesures de réflectance ont été faites soit sur le fond plat, soit en 4 points latéraux au milieu du bocal. D'autre part, on a adopté une présentation des miels en boîtes de Pétri classiques, en verre ou en plastique incolore (polystyrène cristal), de diamètre 55 mm pour la cuve (58 mm pour le couvercle). Le trajet optique est de 12 mm, la boîte posée sur le fond blanc réfléchissant de la plaquette étalon.

Cette géométrie arbitraire ne donne sans doute pas les conditions optimales pour sensibiliser les mesures, mais place dans des conditions économiques, simples et «normalisées» d'observation. La cuve est remplie jusqu'à débordement, puis essuyée avec un papier filtre humide. La présence de bulles ou d'une décan-tation doit être évitée. Les mesures (4 par récipient) sont effectuées en visant les zones homogènes. Les données chromatiques rapportées correspondent à des moyennes ; les coefficients de variation trouvés se situent entre 0,3 et 0,8%, selon les prises et les répétitions.

## RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

### *Justification d'une technique simple sur le système CIELAB*

Des mesures précédentes sur une gamme d'échantillons d'origines florales diverses avaient été faites dans le système fondamental CIE 1931 (Aubert et Gonnet, 1983). Un rapprochement étroit de ces données chromatiques avec celles des miels de 1992 (tableau I), de mêmes appellations, serait critiquables. Car il faudrait tenir compte des conditions de récoltes, mais aussi des différences dues au changement d'appareil (spectrographe muni d'une sphère d'intégration et cuves rectangulaires de 10 mm d'épaisseur, pour les essais de 1983). Néanmoins, nous avons cherché à simplifier les

**Tableau I.** Couleurs de miels monofloraux (observations en boîtes de Petri).

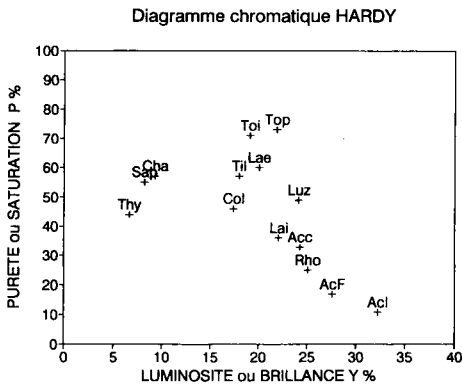
Origine Année	Repère	Y%	x	y	Pureté (%)	LOD nm	L*%	a*	b*	C*
Acacia (Italie) 1992	AcI	32,3	0,33	0,34	11,0	574,0	63,9	-1,5	8,4	8,5
Acacia (France) 1990	AcF	27,6	0,34	0,35	17,0	576,0	59,5	1,5	11,9	12,0
Acacia (Commerce) 1991	Acc	24,3	0,37	0,38	33,0	576,5	56,4	-1,6	24,0	24,1
Luzerne 1990	Luz	24,1	0,39	0,42	49,0	574,3	56,3	-3,8	34,5	34,7
Rhododendron 1991	Rho	25,1	0,35	0,37	25,0	573,8	57,4	-1,5	17,3	17,4
Colza (trouble) 1991	Col	17,4	0,40	0,40	46,0	578,0	48,9	1,7	29,0	29,0
Tournesol (pur) 1991	Top	21,9	0,44	0,46	73,0	576,2	53,9	-1,8	53,7	53,7
Tournesol (impur) 1991	Toi	19,1	0,45	0,44	71,0	473,4	50,8	3,6	49,2	49,3
Lavandin 1991	Lai	22,1	0,37	0,39	36,0	575,0	54,6	-2,1	22,0	22,1
Lavande 1990	Lae	20,1	0,42	0,43	60,0	577,0	51,8	0,7	40,8	40,8
Tilleul 1991	Til	18,0	0,42	0,42	57,0	578,5	50,1	1,2	36,4	36,4
Sapin 1991	Sap	8,2	0,45	0,38	55,0	588,5	34,3	12,3	23,1	26,2
Châtaignier 1991	Cha	9,3	0,45	0,39	57,0	586,5	36,5	13,0	25,9	29,0
Thym 1991	Thy	6,7	0,44	0,35	44,0	595,5	31,4	16,9	16,4	23,5

résultats en retenant le même principe proposé des diagrammes chromatiques réduits à 2 dimensions où sont portés (fig 1), d'une part, la luminosité ou brillance Y% en abscisse et, d'autre part, la valeur absolue du vecteur «Chroma» (pureté ou saturation) en ordonnée, établie dans le plan de chromaticité de Hardy de coordonnées x et y. Ce triangle fondamental des couleurs permet de déterminer la longueur d'onde dominante (LOD nm), entre 574 et 596 nm. Des valeurs précises sont ainsi obtenues à l'aide des diagrammes dilatés trouvés dans le livre «*Handbook of colorimetry*» de Hardy (1936). Mais ce document s'avère difficile à trouver actuellement et son exploitation graphique (ou par calculs) peu commode. Généralement, la variation de tonalité (ou angle de teinte) est peu considérable pour une majorité des miels, sauf pour quelques cas typiques. Dans les confrontations de miels d'origines voisines, à teinte jaune-brun «miel» classique, cette dernière donnée peut être négligée ; c'est le principe utilisé dans l'échelle de Pfund et les comparateurs du type Lovibond (Aubert et Gonnet, 1983).

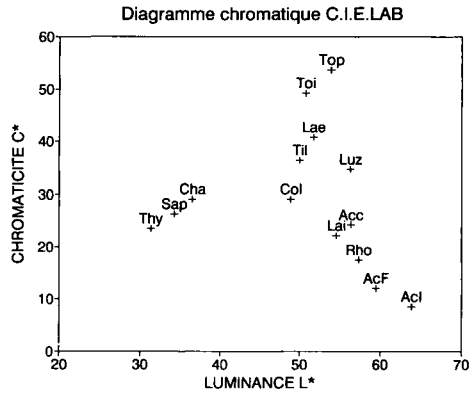
Dans le même but, l'utilisation du système usuel Cielab (fig 2) s'avère d'un accès plus facile que le mode précédent, à partir des données tristimulaires primaires et sans nécessiter l'utilisation des abaques chromatiques graphiques. Les calculs simples sur L\*, a\*, b\* ou C\* (chromaticité ou pureté ou saturation = Racine de a\*<sup>2</sup>+ b\*<sup>2</sup>) et de l'angle de teinte (tan<sup>-1</sup> b\*/a\*) sont directement donnés par le chromamètre. D'une façon générale, les faibles niveaux sur la coordonnée a\* vont correspondre à des valeurs de C\* très proches de la coordonnée b\*. Seuls les miels présentant une tonalité brun-rougeâtre singulière (cas du sapin, châtaignier ou thym avec a\* positif et supérieur à 3) donnent un écart sensible entre C\* et b\*. En fait, la plupart des miels gardent une dominante jaune qui justifie les gammes colorimétriques commerciales par comparateurs visuels.

#### **Couleur des miels de différentes origines florales**

Le tableau I rapporte, dans les 2 systèmes chromatiques adoptés, sur des mesures



**Fig 1.** Couleurs de miels monofloraux (diagramme simplifié selon le système de référence).



**Fig 2.** Couleurs de miels monofloraux (diagramme simplifié selon le système usuel CIELAB).

effectuées en boîte de Pétri, les couleurs de divers miels monofloraux authentiques, d'origines et de récoltes très différentes faites entre 1990 et 1992. On n'observe que de très faibles distorsions dans le positionnement relatif des miels de diverses sources florales entre les 2 modes de représentation (figs 1 et 2). Les écarts sur la luminosité Y% (limites 6,7 à 32,3%) ou sur L% (31,4 à 63,9%) sont au même ordre de grandeur, avec des niveaux favorables pour L\*. Les valeurs sur P\* sont supérieures (11 à 73) à celles sur l'échelle de chromaticité C\* (8,5 à 53,7), mais leurs écarts sont tout aussi discriminants. (L'utilisation de b\* n'est pas apparue plus discriminante de la position des miels entre eux ; avec cette ordonnée les miels «sombres» et «clairs» seraient plus rapprochés et les 2 diagrammes moins superposables.) Les miels «foncés» (châtaignier, thym, sapin) se distinguent des autres par des luminosité faibles (Y% de 6,7 à 9,3), correspondant à des valeurs de L\* entre 31,4 et 36,5%.

Une réserve importante préalable à toutes ces observations est liée à la variabilité due aux conditions de récolte (écarts types non déterminés compte tenu de difficultés d'échantillonnage et du cadre res-

treint de ce travail). Les variations de couleurs seront particulièrement aléatoires selon les origines (sources florales diversifiées, présence de miellats, etc). Les miels de lavandin et surtout ceux d'acacia se situent aux plus forts niveaux de luminance (L\* entre 56,4 et 63,9), mais avec une chromaticité relativement faible (C\* entre 8,5 et 24,1), due à une teinte mal définie par absence de pigments dominants. Les 2 échantillons typiques de tournesol se caractériseraient par une chromaticité (C\* = 49,3 et 53,7) et/ou pureté de couleur (P = 71 et 73%) élevées avec des luminances relativement fortes, comme précédemment signalé (Aubert et Gonnet, 1983). Toutefois, fondamentalement, il faut faire une réserve sur la perception réelle de petites différences sur ces données chromatiques qui nécessitent de préciser des limites de tolérances (Dordet, 1990). On peut admettre des écarts de l'ordre de 1 ou 2 unités, selon les teintes et pour le système utilisé (Nava, 1990). En outre, compte tenu de ces zones de sensibilité de l'œil humain, les forts niveaux de luminosité sont toujours favorables pour discriminer les colorations perçues. C'est ainsi que les valeurs obtenues directement sur les bocaux s'avèrent faibles

et aléatoires, compte tenu des géométries d'observation et des pertes par transmission et diffusion de la lumière dans la masse liquide et sur la surface du récipient. Les mesures sur le fond plat des bocaux (résultats non rapportés), avec une variabilité faible (coefficients de variation, pour  $L^*$  et sur 4 répétitions, inférieurs ou voisins de 1%), se sont avérées meilleures que sur les côtés arrondis (coefficient de variation entre 2 et 6%, selon les échantillons). Dans cette optique pratique en bocal commercial, les possibilités de discrimination restent relativement faibles ; on a noté aux extrêmes sur le critère luminance  $L^*$  : Sapin = 16,6% et acacia = 23,1%. Les autres coordonnées chromatiques  $a^*$  et  $b^*$  ou  $C^*$  ne se sont pas montrées plus discriminantes. En fait, la possibilité de présomption de l'origine d'un miel sur le seul aspect visuel en bocal s'avère décevante, même dans un cas relativement typique comme le tournesol.

Toutefois, l'observation en boîtes de Pétri, selon le protocole proposé, peut être retenue dans des analyses sensorielles rigoureuses, notamment si l'on veut chiffrer objectivement des différences de couleurs perçues par des dégustateurs. Ces conditions plus précises d'observation (confrontations souvent réalisées pratiquement dans un bocal, un verre ou une coupe) limitent aussi les facteurs subjectifs liés au contexte d'un jury de dégustation (rarement spécialisé en analyse sensorielle).

### **Variations sur la couleur des miels de lavandin ou lavande**

Les miels de la récolte 1991 se situent dans un domaine relativement étalé (tableau II, fig 3), entre 35 et 60% de  $L^*$  et entre 25 et 45% de chromaticité  $C^*$  (ou valeurs de  $b^*$  très proches), ce qui les situe dans des zones chromatiques couvrant également les miels de tilleul, luzerne, colza, rhododendron, ainsi que les miels d'acacia, mais

dans les moins clairs (fig 2). Les échantillons N°19, 15 et 5 (fig 3) pour lesquels  $C^*$  et  $b^*$  sont nettement différents (récolte 1991) se singularisent des autres ; leur appellation lavande semble discutable.

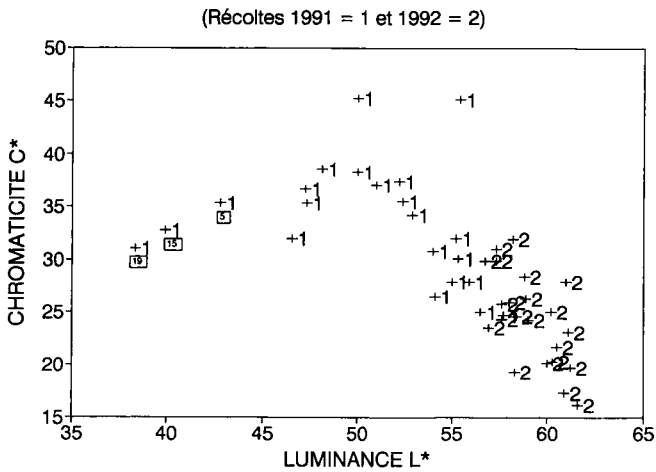
En revanche les miels de la récolte 1992 se situent dans une zone très restreinte (tableau II, fig 3) avec une forte luminance ( $L^*$  = 57 à 62) et une faible chromaticité ( $C^*$  = 16 à 32), ce qui nous situe dans un domaine proche des miels d'acacia, qui ont une chromaticité plus basse ( $C^*$  autour de 10). Les conditions climatiques de cette campagne ont prévalu sur celles moins favorables de l'année 1991. L'examen organoleptique des miels de lavandin de la récolte 1992 confirme tout à fait les observations faites par les professionnels sur cette excellente année pouvant être considérée comme typique.

Ces données chromatiques pourront servir de référence pour situer, à l'avenir, les meilleures productions dans ce domaine. Inversement, les écarts, par rapport à un point centré sur les meilleurs miels sélectionnés, peuvent renseigner sur les possibilités de variations, soit au niveau de récoltes florales diversifiées, soit au niveau du conditionnement des produits finis (assemblages, traitements thermiques, vieillissement, considérés comme des défauts par rapport à un standard frais original). Toutefois, certains miels de lavande vraie (authentique) peuvent avoir une coloration jaune pure et naturelle monoflorale.

Éventuellement, la détection de mélanges de miels semble possible sur la base de ces coordonnées chromatiques précises ; c'est le cas d'un miel de lavandin, très clair et limpide, avec l'addition d'un miel jaune de *turnesol*, après réchauffage ou évolution du mélange (tableau III, fig 4). L'addition d'un pourcentage relativement faible de tournesol, inférieur à 30%, se traduit par une augmentation très significative de  $L^*$  et de  $C^*$  ou  $b^*$ . Un deuxième contrôle après retour 24 h à température ambiante

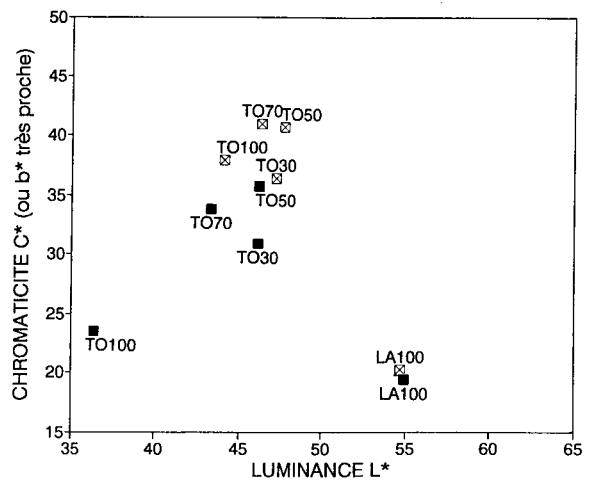
**Tableau II.** Couleur des miels de lavande (récoltes 1991 et 1992).

Repère	Récolte 1991				Récolte 1992			
	L* (%)	a*	b*	C*	L*(%)	a*	b*	C*
1	52,9	1,3	34,2	34,2	59,0	-1,9	24,1	24,2
2	55,9	-1,0	27,9	27,9	61,2	-2,9	19,5	19,7
3	55,3	-0,4	30,1	30,1	60,9	-2,2	19,5	19,7
4	46,5	2,2	31,9	32,0	56,7	-1,8	29,8	29,9
5	42,8	9,0	34,1	35,3	60,0	-1,9	20,2	20,1
6	50,0	4,2	38,1	38,3	60,2	-2,8	24,8	25,0
7	52,2	-0,2	37,4	37,4	58,9	-1,7	26,2	26,3
8	54,1	-2,1	26,4	26,5	57,3	-1,1	29,9	29,9
9	51,0	1,1	37,0	37,0	58,4	-2,7	24,5	24,6
10	54,0	-1,1	30,8	30,8	57,3	-1,7	31,0	31,0
11	57,7	-2,6	24,6	24,7	57,6	-2,3	25,7	25,8
12	56,5	-2,1	24,9	25,0	57,6	-3,0	24,1	24,3
13	55,0	-1,7	27,8	27,9	58,2	-2,5	31,8	31,9
14	48,1	6,0	38,1	38,6	61,0	-3,9	27,6	27,9
15	39,9	11,7	30,6	32,8	60,5	-2,7	21,5	21,7
16	47,3	4,1	35,1	35,3	58,8	-2,6	28,3	28,4
17	50,0	4,3	45,0	45,2	61,1	-3,1	22,9	23,1
18	47,2	4,1	36,5	36,7	60,3	-2,9	20,1	20,3
19	38,3	14,6	27,5	31,1	58,0	-2,2	25,8	25,9
20	55,2	-0,8	32,0	32,0	58,3	-2,6	19,1	19,3
21	55,4	-3,0	45,0	45,1	61,6	-2,6	16,0	16,2
22	52,4	0,8	35,5	35,5	56,9	-2,1	23,4	23,5

**Fig 3.** Couleurs des miels de lavande (récoltes 1991 et 1992).

**Tableau III.** Couleur des miels de mélanges (lavandin et tournesol).

No repère	Y%	x	y	L*%	a*	b*	C*
LA100	22,4	0,36	0,38	54,7	-2,7	20	20,2
TO30	16,2	0,42	0,43	47,2	-2	36,3	36,4
TO50	16,7	0,43	0,44	47,7	-0,6	40,7	40,7
TO70	15,8	0,44	0,44	46,3	0,7	41	41,0
TO100	14,1	0,44	0,43	44,1	3,2	37,8	37,9

**Fig 4.** Couleurs des mélanges de lavandin (LA) et tournesol (TO).

□ 1er contrôle à 50°C ■ 2ième après 24 h

(20°C), révèle un phénomène d'opacification, par une amorce de cristallisation, mais en conservant le basculement vers les tonalités jaunes provoquées par le tournesol (fig 4). Ces modifications des paramètres chromatiques, liées à des pratiques professionnelles discutables, restent à préciser, en les modélisant dans des essais systématiques. Dans cette voie, les services de la répression des fraudes ont cherché à faire une présélection de très nombreux échantillons examinés. La mesure en couche mince peut apporter un indice non négligeable, avant d'orienter les contrôles

vers des analyses plus complexes en melissopalynologie et/ou sur des caractéristiques de composition (Louveau, 1989 ; Amiot *et al*, 1989).

#### **Couleur des miels en cours de cristallisation**

Nous avons vérifié si les résultats obtenus pour suivre l'évolution de couleur des miels en cours de cristallisation en utilisant la méthodologie fondamentale (Gonnet *et al*, 1986) pouvaient être retrouvés dans le sys-



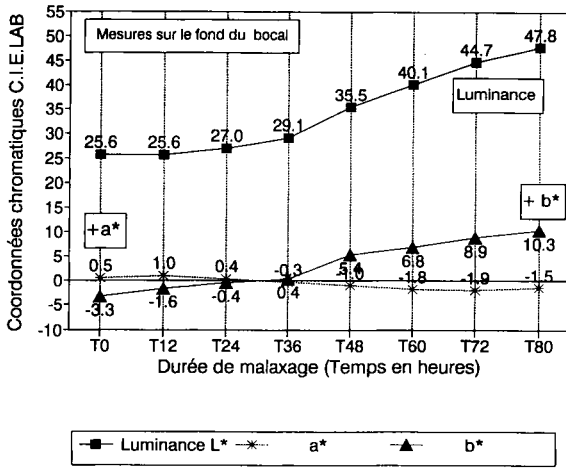


Fig 5. Couleurs des miels en cours de cristallisation (évolution des données chromatiques après ensemencement d'un miel liquide de tournesol par du miel de colza).

tème usuel CIELAB. Diverses observations préliminaires ont été faites sur le fond de bocaux en verre, mesurés immédiatement après chaque prélèvement. Un exemple est donné dans la figure 5. La luminance  $L^*$  croît régulièrement de 25,6 à 47,8%, après 80 h de malaxage. La coordonnée  $a^*$  baisse lentement ; en revanche,  $b^*$  augmente plus sensiblement, avec une évolution vers une tonalité plus jaune ( $b^*$  entre -3,3 et +10,3). Le croisement se situe autour de 36 h, point repère approximatif et discutable, sur la durée de malaxage à partir duquel apparaît une intensification du phénomène de cristallisation. Les mesures faites sur les côtés des bocaux (non rapportées) confirment ces évolutions, mais avec une variabilité plus grande. Ainsi, l'allure et la pente de ces courbes peuvent donner une information intéressante sur la vitesse et la qualité de la cristallisation, critères qu'il faudra vérifier sur d'autres supports. Le miel perd son caractère liquide pour une texture cristalline plus ou moins fine et dense, dont la mesure de couleur traduit grossièrement la qualité physique. L'utilisation de boîtes de Pétri devrait permettre de mieux codifier ces

observations. Sur ces repères chromatiques précis, on pourra contrôler et mieux maîtriser les conditions de malaxage (température, vitesse d'agitation), en les corroborant avec des évaluations sensorielles, ainsi que pour des mesures rhéologiques.

## CONCLUSION

La méthodologie fondamentale de mesures tristimulaires sur la couleur des miels peut être rendue d'accès plus facile en utilisant l'espace uniforme des couleurs dans le système CIELAB. La commodité d'emploi des réflectomètres actuels, la rapidité et l'économie apportée par la présentation des produits, liquides ou cristallisés, dans une optique simple codifiée (boîte de Pétri), permettent d'aborder de nombreux problèmes de sélection visuelle des miels, ainsi que de leur évolution au cours des préparations industrielles. Une réserve demeure au niveau des limites de perception réelle de faibles écarts sur ces données chromatiques. Ces tolérances pourraient être déterminées par des analyses sensorielles pré-

cises dont quelques observations faites situent les difficultés. Notamment, les miels posent des problèmes d'échantillonnage complexes, dont la variabilité des mesures instrumentales est mineure par rapport aux conditions de récoltes et de prélèvements. Ces techniques simplifiées usuelles se justifient d'autant plus que la multiplication des prélèvements de miels, dans le contexte professionnel de l'apiculture, dépend de la vulgarisation de ces mesures. On peut ainsi chiffrer plus objectivement l'agrément visuel des miels, en remplaçant les comparateurs colorimétriques encore utilisés sur le plan commercial.

## REMERCIEMENTS

Mlle N Dubois, responsable du laboratoire de la société «Compagnie Gatinaise» de Malesherbes (45330), a suivi la cristallisation dirigée du miel en cuves industrielle et effectué les mesures réflectométriques sur les échantillonnages prélevés en bocal.

Les apiculteurs de Provence ont aimablement fourni les échantillons de miels de lavandin de 1991 et 1992.

**Summary — Conventional color-grading techniques of honey.** Differences between well-defined colors of honeys (liquid clear, redissolved, turbid or crystallized) can be recognized and standardized using a conventional Cielab 1976 (CIE, 1978) system. This system is less complicated than the classical tristimulative official method of Hardy (1936), with a few allowances for the relative sensitivity detection of human eyes. Colorimetric comparisons of honeys using a bidimensional graphical projection with luminance  $L^*$  and chromaticity  $C^*$  (or  $b^*$ ) terms is proposed. Measurements in conventional Petri dishes with a regular reflectometric chromameter were analysed for different colored honey samples. The characterization of the origin of unifloral genuine honey

(table I) using the classic Hardy system (fig 1) new or conventional criteria (fig 2) gave the same results. Variability between the measured values for the samples depends on the geometry of commercial container, but is smaller than the annual parameters. The influence of sample collection conditions of lavender honey (table II, fig 3), and the change with added yellow typical sunflower honey (table III, fig 4) were analyzed as having different chromatic values. Observations on the crystallization on the bottom of the container (fig 5) or on the side wall of the commercial container also gave good results on color perception, but measurements in conventional Petri dishes were better.

## honey / colorimetry / crystallization / blend / characterization

**Zusammenfassung — Farbmessung von Honigen mit handelsüblichen Reflektometern.** Ausgehend von der triparametrischen Methodik der CIE wird eine Verbesserung der Farbmessung von flüssigen und kristallisierten Honigen vorgeschlagen. Der Einsatz eines üblichen tragbaren Reflektometers zur Messung dünner Schichten auf weissem Untergrund (Petrischale auf Referenz) ergeben genau unterscheidbare Farbwerte. Die Anpassung des üblichen Cielab 1976 (CIE, 1978) vereinfacht die Nutzung des komplexen offiziellen Hardysystems (1936). Die vorgeschlagene zweidimensionale graphische Darstellung mit der Luminiszenz  $L^*$  gegen die Farbsättigung  $C^*$  ergibt eine ausreichende Abgrenzung der Proben. Die Charakterisierung der Blütenart (Tabelle I), die Variation innerhalb derselben Pflanzenart (Lavendel) (Tabelle II, Abb 3) und die Änderung bei der Mischung von Lavendelhonig mit einem typischen gelben Honig (Sonnenblume) (Tabelle III, Abb 4) wurden untersucht. Weiter sind der Einfluss der visuellen Wahrnehmung des Beobachters und der Einsatz von chromatischen Farbanzei-

gern zur Überwachung der Kristallisation in handelsüblichen Honiggläsern (Abb 5) Gegenstand dieser Studie.

## Honig / Farbmessung / Kristallisation / Mischung / Charakterisierung

### RÉFÉRENCES

- Amiot MJ, Aubert S, Gonnet M, Tacchini M (1989) Les composés phénoliques des miels : étude préliminaire sur l'identification et la quantification par famille. *Apidologie* 20, 115-125
- Aubert S, Amiot MJ, Nicolas J (1992) Les critères de brunissement des pommes. *Sci Alim* 4, 625-647
- Aubert S, Gonnet M (1983) Mesure de la couleur des miels. *Apidologie* 14, 105-118
- Brice BA, Turner A, White JW (1956) Glass color standards for extracted honey. *J Assoc Agric Chem* 39, 919-937
- CIE (Commission internationale de l'éclairage) (1978) Recommendations on uniform color spaces-color difference equations, psychometric color terms. Suppl n°2 to CIE publication n°15 (E-1.3.1) 1971 (TC-1-3), Paris
- Dordet T (1990) *La colorimétrie : pratique et applications*. Eyrolles, Paris, 148 p
- Gonnet M, Aubert S, Ferry P (1986) Évolution de la couleur du miel lors de sa cristallisation. *Apidologie* 17, 49-62
- Gonnet M (1992) Cristalización dirigida de mieles. Sistemas de comercialización de los productos de calidad. *Vida Apic* 51, 47-55
- Hardy AC (1936) *Handbook of colorimetry*. The Technology Press, Massachusetts Inst of Technology, Cambridge, 87 p
- Louveaux J (1985) Le miel. *Cah Nutr Diet* 20, 57-70
- Nava A (1990) Colorimétrie : des ellipsoïdes de tolérance pour le contrôle de la qualité. *Ind Text* 1208, 75-77
- Ortiz-Valbuena A, Silva-Losada C (1990) Caracterización cromática (CIE L\*10, a\*10, b\*10) de las mieles de La Alcarria y zonas adyacentes. *Cuad Apic* 8, 8-11
- Rodríguez-López C (1985) Determinación espectrofotométrica del color de las mieles. Un método objetivo para su clasificación en distintas calidades basado en la medida del color. *Vida Apic* 16, 24-29
- White JW (1984) Instrument color classification of honey: collaborative studies. *J Assoc Anal Chem* 67, 1129-1131